# INSTITUTUL DE FIZICĂ APLICATĂ

Cu titlu de manuscris

C.Z.U.: 538.9:538.911:538.951

PRISĂCARU ANDRIAN

# TRANZIȚIILE DE FAZĂ ȘI ASPECTELE DE DEFORMARE A SI MONOCRISTALIN ÎN DEPENDENȚĂ DE CONDIȚIILE DE APLICARE A SARCINII CONCENTRATE LA MICRO ȘI NANOSCARĂ

# 133.04 – FIZICA STĂRII SOLIDE

Rezumatul tezei de doctor în științe fizice

CHIŞINĂU, 2021

Teza a fost elaborată în Laboratorul Proprietăți Mecanice ale Materialelor "Iulia Boiarskaia" al Institutului de Fizică Aplicată.

## Conducător științific:

ŞIKIMAKA Olga, dr. în șt. fiz.-mat., conf. cerc., Institutul de Fizică Aplicată

Referenți oficiali:

URSACHI Veaceslav, dr. hab. în științe fiz.-mat., conf. cerc., AȘM GHIMPU Lidia, dr. în științe fiz.-mat., conf. cerc., IIEN "D. Ghițu"

Componența Consiliului Științific Specializat:

SIDORENKO Anatolie, președinte, acad., dr. hab. în șt. fiz.-mat., prof. univ., IIEN "D. Ghițu" CONDREA Elena, secretar științific, dr. în științe fiz.-mat., conf. cerc., IIEN "D. Ghițu" CULIUC Leonid, acad., dr. hab. în științe fiz.-mat., prof. univ., Institutul de Fizică Aplicată ȘERBAN Dormidont, dr. hab. în șt. fiz.-mat., prof. univ., Institutul de Fizică Aplicată CHISTOL Vitalie, dr. în științe fiz.-mat., conf. univ., Universitatea Tehnică a Moldovei

Susținerea va avea loc la 3 septembrie 2021, ora 10:00, în ședința Consiliului Științific Specializat D 133.04-21-13 din cadrul Institutului de Inginerie Electronică și Nanotehnologii "D. Ghițu" str. Academiei, 3/3, MD-2028, Chișinău, Republica Moldova, biroul 118.

Teza de doctor și rezumatul pot fi consultate la Biblioteca Științifică Centrală "A. Lupan" și pe pagina web a ANACEC (www.cnaa.md).

Rezumatul a fost expediat la "29" iunie, 2021

Secretar științific al Consiliului Științific Specializat

CONDREA Elena, dr. în științe fiz.-mat., conf. cerc.

Conducător Științific

ŞIKIMAKA Olga, dr. în șt. fiz.-mat., conf. cerc.

Autor:

PRISĂCARU Andrian

© PRISĂCARU Andrian, 2021

# Cuprins

Reperele conceptuale ale cercetării	4
Conținutul tezei	8
Concluzii generale și recomandări	
Bibliografie	
Lista publicațiilor la tema tezei	
Adnotare	
Summary	
Аннотация	

#### Reperele conceptuale ale cercetării

#### Actualitatea și importanța temei abordate

Fiind materialul de bază al celor mai multe dispozitive semiconductoare, în prezent Si (Siliciul) își găsește aplicații noi în sisteme micro-electro-mecanice (MEMS) pentru crearea unor mecanisme miniaturale precum accelerometre, senzori de presiune, microturbine si altele. Pe lângă proprietățile electrice, Si demonstrează proprietăți mecanice specifice la deformarea în microvolume și nanovolume, în acest mod cercetările efectuate la microindentare, nanoindentare, microscratching și nanoscratching au demonstrat un șir de transformări polimorfe ale Si monocristalin și anume, la încărcare, la atingerea presiunilor sub indentor de 9-12 GPa are loc tranzitia de fază din structura cubică de diamant (Si-I) în structură metalică  $\beta$ -Sn (Si-II), iar la descărcare, cu micșorarea presiunilor au loc tranziții în structura cubică centrată în volum BC8 (Si-III), structura romboedrică R8 (Si-XII), structura amorfă a-Si și alte structuri [1-5]. Aceste particularități ale Si deschid posibilități noi pentru prelucrarea mecanică a acestuia în regim ductil cu scopul obținerii unor microstructuri și nanostructuri complexe tridimensionale și suprafețe ultra-fine cu funcționalități speciale, fiind o alternativă tehnologiilor de prelucrare prin metoda optică și electronică. În plus, transformările de fază induse la deformarea Si în microvolume și nanovolume rezultă în modificarea locală a proprietăților electrice din semiconductor (Si-I) în metal (Si-II) și semimetal (Si-III, Si-XII), ce poate găsi aplicații în domeniul microelectronicii și nanoelectronicii.

Cea mai potrivită și practic unica metodă pentru cercetarea proprietăților mecanice ale Si în diferite condiții de deformare la microscară și nanoscară este metoda de microindentare, nanoindentare, microscratching și nanoscratching, care permite determinarea unor parametri mecanici importanți așa cum sunt duritatea și modulul Young, la fel și cercetarea particularităților de deformare și caracteristicelor de relaxare a materialelor. Metoda de indentare și scratching permite, la fel, cercetarea acțiunii diferitor factori externi asupra proceselor de deformare și anume: geometria indentorului (sferă, piramidă triedrică Berkovici sau tetraedrică Vickers, con ș.a.), temperatură, valoarea sarcinii, viteza de aplicare a sarcinii ș.a. [5-11].

Cu toate că Si este studiat foarte mult, cu un număr impunător de lucrări științifice publicate anual, totodată s-a dovedit, că nu toate aspectele, ce țin de proprietățile mecanice ale Si sunt îndeajuns studiate. Astfel, deformarea Si în condiții de fluaj (menținerea îndelungată sub sarcină) în microvolume și nanovolume practic nu a fost studiată până acum. Influența condițiilor de fluaj asupra procesului de deformare a Si la indentare și contribuția tranzițiilor de fază în acest proces, au stat la baza formulării obiectivelor principale ale lucrării date. În această lucrare, proprietățile Si în condiții de fluaj sunt cercetate sub mai multe aspecte: mecanice, structurale și electrice, fapt care a permis de a caracteriza multilateral și amplu fluajul Si la microscară și nanoscară, ceea ce nu a fost efectuat până acum. Prin aplicarea menținerii îndelungate sub sarcină la nanoindentare și microindentare a fost posibil de a studia fluajul Si și modificările în procesul tranzițiilor de fază induse de fluaj, la fel și de a studia influența vitezei de încărcare și valorii sarcinii asupra procesului de fluaj.

Un alt aspect de deformare a Si, și anume la microscratching și nanoscratching, este la fel puțin studiat, dar foarte important, în contextul posibilității utilizării acestei metode pentru prelucrarea și texturarea rapidă ultrafină a suprafeței Si, cu potențiale aplicații în fotovoltaică (celule solare), biomedicină (dispozitive microfluidice), MEMS, ș.a. Utilizarea metodei de scratching pentru aplicațiile menționate necesită ca mecanismul de deformare să fie unul ductil, fără microfisurare remanentă a materialului.

În premieră a fost realizat un studiu comparativ al track-urilor de scratching efectuate cu fața și cu muchia indentorului Berkovici pentru Si. Plus la aceasta, indentorul Berkovici cu raza de curbură foarte mică (50 - 200 nm) prezintă interes pentru cercetarea posibilității de aplicare a instrumentului ascuțit la efectuarea unei prelucrări mecanice cu desprindere ductilă la nanoscară, deoarece în majoritatea cercetărilor legate de scratching sau "așchiere punctiformă cu diamant" ("single-point diamond turning") a Si, indentorul/instrumentul are o rază de curbură relativ mare, de obicei de la câțiva microni până la câțiva milimetri [5,12-15] pentru a reduce distrugerea fragilă.

Așadar, lucrarea prezentă este dedicată cercetării unor probleme actuale în domeniul proprietăților mecanice ale Si la microscară și nanoscară (microindentare, nanoindentare și scratching) în condiții de deformare puțin studiate până acum, dar fiind importante la utilizarea Si în diverse microsisteme, nanosisteme, microstructuri și nanostructuri pentru ingineria micromecanică, optoelectronică și biomedicină. Studiul realizat va oferi cunoștințe noi, care, pe de o parte, vor contribui la posibilitatea de a extinde și perfecționa aplicarea Si și, pe de altă parte, de a asigura funcționarea durabilă a dispozitivelor în baza lui.

#### Scopul și obiectivele lucrării:

Scopul principal al acestei lucrări constă în studiul particularităților de deformare și a tranzițiilor de fază la nanoindentarea, microindentarea și nanoscratching-ul Si(100) în dependență de condițiile de deformare: menținerea îndelungată sub sarcină, valoarea sarcinii și

viteza de deformare. Pentru realizarea acestui studiu au fost formulate următoarele obiective de bază:

1. Cercetarea influenței menținerii îndelungate sub sarcină la nanoindentarea Si(100) asupra dezvoltării fluajului și procesului de deformare/relaxare a materialului.

2. Studiul modificărilor în procesul tranzițiilor de fază la nanoindentare în condiții de fluaj și corelarea cu efectele de descărcare de pe curbele de indentare P-h (sarcina - deplasarea indentorului).

3. Identificarea influenței fazelor Si din amprenta remanentă asupra modificării parametrilor electrici în dependență de timpul de menținere sub sarcină la indentare.

4. Elucidarea mecanismelor principale de deformare la nanoscratching-ul Si(100) în dependență de viteza de scratching, valoarea sarcinii și orientarea indentorului.

5. Determinarea influenței condițiilor de deformare și a mecanismelor de deformare asupra valorilor durității la nanoscratching.

6. Elaborarea metodelor noi de texturare micromecanică, nanomecanică, și mecanochimică a suprafeței Si(100) cu scopul potențialelor utilizări în MEMS, fotovoltaică, optică, ș.a.

#### Ipoteza de cercetare

Tranziția de fază a Si din structura cubică de diamant în structura metalică mai plastică  $\beta$ -Sn la indentare este un factor, care poate induce dezvoltarea procesului de fluaj la menținerea îndelungată sub sarcină, chiar și la temperatura de cameră, ce va duce la rândul său, la anumite modificări în procesul de deformare și relaxare a materialului și la formarea fazelor structurale finale la etapa de decompresiune.

Deformarea Si la microsrcatching și nanoscratching este un proces complicat, influențat de combinația a mai multor factori, cum sunt sarcina, viteza de scratching, geometria indentorului, modificarea cărora poate contribui la dezvoltarea diferitor mecanisme de deformare, ce poate avea influență asupra rezistenței materialului și respectiv, asupra valorilor durității.

#### Sinteza metodologiei de cercetare și justificarea metodelor de cercetare alese

Pentru realizarea obiectivelor propuse în lucrare și verificarea ipotezei au fost utilizate un spectru larg de metode de cercetare. Materialul studiat în această lucrare este Si(100) dopat cu fosfor, cu rezistivitatea de 4.5  $\Omega$ ·cm.

Pentru deformarea Si în microvolume și nanovolume a fost utilizată metoda de nanoindentare și nanoscratching cu înregistrarea in-situ a parametrilor de deformare la instalația Nanotester PMT3-NI-02 echipat cu indentor piramidal Berkovici, la fel și metoda de microindentare quasistatică și microscratching cu utilizarea indentorului piramidal Vickers. Posibilitatea înregistrării curbelor tipice la instalația Nanotester PMT3-NI-02 a permis monitorizarea procesului de deformare și înregistrarea efectelor specifice, care apar pe curbele de deformare în rezultatul tranzițiilor de fază.

Următoarea etapă constă în cercetarea reliefului fin al suprafeței amprentelor de indentare și a track-urilor de scratching, la fel și a zonelor adiacente la Microscopul de Forță Atomică "Nanostation II". Datele obținute au fost prelucrate în softul specializat "Gwiddion", în baza cărora a fost efectuată o analiză amplă calitativă (particularitățile structurii suprafeței amprentelor și track-urilor, prezența sau lipsa acumulărilor de material extrudat, a materialului desprins ductil, a fisurilor, a distrugerilor fragile, ș.a.) și cantitativă (calculul volumului canalului track-ului și a acumulărilor de material în valori absolute și relative) a morfologiei amprentelor și track-urilor pentru determinarea mecanismelor de deformare implicate.

Cercetarea tranzițiilor de fază în zona amprentelor și a track-urilor a fost realizată cu ajutorul spectrometrului Raman confocal MonoVista spectroscopia micro-Raman, iar rezultatele obținute au fost corelate cu efectele de pe curbele de nanoindentare și condițiile de deformare aplicate. Pentru a înțelege influența deformării localizate asupra modificării proprietăților electrice, legate de tranzițiile de fază induse, au fost efectuate măsurările rezistenței electrice în zona amprentelor. Pentru aceasta, utilizând instalația de acoperire în vid, a fost realizată o acoperire specială de Ni/Si, lăsând o bandă de Si neacoperită, pe care ulterior au fost depuse amprente și apoi efectuate măsurările volt-amperice în zonele amprentelor.

Evidențierea și cercetarea zonelor dislocaționale din jurul amprentelor și track-urilor a fost realizată cu ajutorul tratamentul chimic selectiv precedat de tratamentul termic pentru activarea dislocațiilor și împrăștierea lor la distanțe suficiente.

Pentru realizarea experimentului în această lucrarea a fost utilizat în exclusivitate echipamentul din Republica Moldova cu utilizarea potențialului național în ceea ce privește instalațiile costisitoare procurate pentru uz comun. În lucrarea dată sau utilizat metode moderne, aplicate pe larg de comunitatea științifică internațională din domeniu, ceea ce a asigurat competitivitatea rezultatelor obținute, confirmată prin publicații în reviste internaționale cu factor de impact, și a contribuit la realizarea cu succes a obiectivelor propuse.

#### Conținutul tezei

În *Introducere* este argumentată actualitatea și importanța temei de cercetare, sunt formulate scopul și obiectivele lucrării. De asemenea, este prezentată justificarea metodelor de cercetare alese și conținutul sumar al capitolelor tezei.

*Primul capitol* al tezei este dedicat analizei situației în domeniu cu prezentarea detaliată a rezultatelor obținute până în prezent privind particularitățile de deformare și transformările structurale ale Si la microindentare și nanoindentare precum și comportamentul mecanic al Si la deformare prin nanoscratching și microscratching. Sunt analizate datele din literatură referitor la rezultatele cercetărilor ale structurii zonelor deformate din jurul amprentelor și track-urilor, la fel și ale influenței condițiilor de deformare asupra tranzițiilor de fază a Si cu exemplificarea metodelor concrete de cercetare. În baza sintezei bibliografice efectuate au fost evidențiate problemele, care mai rămân a fi cercetate, ceea ce a ajutat la formularea scopului și obiectivelor principale ale lucrării.

Al doilea capitol conține metodologia experimentului efectuată la cercetarea plachetelor de Si(100) dopat cu fosfor, cu rezistivitatea de 4.5  $\Omega$ ·cm. Pentru testele de nanoindentare și microindentare au fost depuse amprente în așa mod, încât latura amprentelor Berkovici și diagonala amprentelor Vickers să fie paralele cu direcția cristalografică [110], iar nanoscratching-ul și microscratching-ul Si a fost efectuat paralel cu direcția cristalografică [100], care este orientată sub 45° față de direcția [110].

Testele de nanoindentare efectuate, au fost realizate la aparatul Nanotester PMT3-NI-02. Aparatul dat este înzestrat cu piramidă triedrică de diamant Berkovici (cu unghiul între față și axă geometrică 65,3°). Intervalul de sarcini disponibile la aparatul Nanotester PMT3-NI-02 este cuprins între 2 și 500 mN, iar variind timpul de încărcare-descărcare și sarcină, a fost modificată viteza de încărcare-descărcare.

Nanoscratching-ul a fost efectuat la aceeași instalație PMT-3NI-02 prin aplicarea la indentor a unei sarcini (forțe) normale ( $F_N$ ) constante și deplasarea indentorului pe suprafața mostrei cu o viteză constantă prin aplicarea unei forțe laterale ( $F_L$ ). Aparatul PMT-3NI-02 permite setarea automatizată a vitezei de scratching (v) și înregistrarea forței laterale  $F_L$  aplicate, pentru realizarea deplasării cu viteza dată. Track-urile de o lungime de 400 µm au fost efectuate în două moduri de orientare a indentorului Berkovici față de direcția de deplasare: deplasarea cu muchia piramidei triedrice înainte și deplasarea cu fața piramidei triedrice înainte.

Aspectul morfologic și relieful suprafeței amprentelor și track-urilor, la fel și a zonelor adiacente, au fost cercetate la Microscopul de Forță Atomică (AFM) – "Nanostation II". Datele au fost prelucrate în softul specializat "Gwyddion", care a permis obținerea imaginilor suprafeței în plan, în secțiune transversală și în format 3D, ce a oferit posibilitatea de a analiza în detalii morfologia și relieful fin al microamprentelor, nanoamprentelor, microtrack-urilor și nanotrack-urilor. La fel, în programul "Gwyddion" au fost efectuate măsurările și calculele adâncimii amprentelor și track-urilor, lățimii track-urilor și volumelor acumulărilor de material extrudat din jurul track-ului, dar și volumului canalului track-ului.

Spectroscopia Raman este o altă metodă utilizată în această lucrare pentru cercetarea proceselor, ce au loc la indentarea și scratching-ul Si. Pe parcursul ultimilor ani această metodă a devenit un important instrument pentru cercetarea tranzițiilor de fază la nanoindentarea și scratching-ul Si. Măsurările spectrelor Raman au fost efectuate la aparatul Raman confocal MonoVista, compus dintr-un spectrograf Princeton Instruments PI/Acton cu o cameră CCD de înaltă performanță și un microscop vertical Olympus Upright BX51.

Pentru măsurarea proprietăților electrice a Si în zona indentată, a fost pregătită o structură specială acoperită cu Ni, lăsând o bandă îngustă de Si neacoperit, pe care au fost depuse amprente, care au legat ca "o punte" porțiunile acoperite de Ni. Caracteristicile volt-amperice (U-I) ale benzii de Si au fost măsurate la instalația "ST-1000" înainte și după indentare.

Este descris și modul de vizualizare a structurilor dislocaționale formate în jurul amprentelor și track-urilor pe Si(100) în dependență de condițiile de deformare la indentare și scratching. Pentru aceste cercetări probele cu amprente și track-uri au fost supuse tratamentului termic la 700°C timp de o oră, urmat de tratamentul chimic selectiv utilizând 2 soluții diferite.

Sunt expuse formulele de bază pentru calculul durității (H), a modulului Young (E) și a presiunii de contact la interfața indentor-material din curbele de nanoindentare, la fel, sunt deduse formulele de calcul pentru determinarea durității la scratching ( $H_s$ ) cu utilizarea indentorului piramidal triedric Berkovici, în particular pentru scratching-ul cu muchia și fața indentorului.

Al treilea capitol este dedicat cercetărilor tranzițiilor de fază și particularităților de deformare a Si(100) la nanoindentare și microindentare în condiții de fluaj (menținerea îndelungată sub sarcină) pentru diferite sarcini și viteze de deformare.

În cadrul acestuia sunt descrise condițiile de indentare la menținerea îndelungată sub sarcină cu indicarea schemei și a datelor numerice ale regimurilor de încărcare, pentru fiecare din măsurări fiind prezentate curbele tipice ale dependențelor "sarcina – deplasarea indentorului" (P-h). Curbele obținute la menținerea îndelungată sub sarcină maximă (900 s) demonstrează

formarea platoului de fluaj (Figura 1 a, c, d) între porțiunea de încărcare (creșterea sarcinii) și descărcare (descreșterea sarcinii). De obicei, fluajul este tipic pentru materiale plastice – metale, polimeri, ș.a., însă, în cazul Si fluajul poate avea loc datorită tranziției de fază în timpul încărcării, din structura cubică inițială de diamant (Si-I) în structura metalică  $\beta$ -Sn (Si-II). Faza metalică posedă o plasticitate mai înaltă comparativ cu Si-I, fapt confirmat de Rabier *et al* [16], care au demonstrat o ductilitate excepțională a fazei metalică  $\beta$ -Sn la temperatura camerei în timpul deformării Si la o presiune de 15 GPa. Faza metalică mai plastică formată la încărcare poate fi extrudată mai ușor de sub indentor spre suprafață, ce duce, la rândul său, la adâncirea indentorului în material și respectiv, formarea platoului de fluaj.

Pe porțiunile de descărcare a curbelor *P-h* (Figura 1) au fost înregistrate efectele tipice, care apar la decompresiunea materialului în procesul de indentare a Si - "pop-out", "elbow" și efectul mixt "elbow + pop-out", dar și un efect mai rar întâlnit - "kink pop-out", natura fizică a cărui urmează a fi studiată. Efectul "pop-out" este responsabil pentru tranziția din structura  $\beta$ -Sn (Si-III) în structura centrată în volum BC8 (Si-III) și structura romboedrică R8 (Si-XII), iar efectul "elbow" - pentru tranziția din Si-II în structura amorfă a-Si, care sunt însoțite de majorarea volumului materialului și expulzarea mai rapidă a indentorului din material.

În acest capitol a fost stabilit că formarea efectului "kink pop-out", care înlocuiește efectele "elbow" și "elbow + pop-out", este stimulată de doi factori: (i) majorarea sarcinii și (ii) majorarea timpului de menținere sub sarcina maximă, ce duce la dezvoltarea fluajului materialului.

La descărcare are loc restabilirea parțială a adâncimii amprentei (h) formate la încărcare, din contul restabilirii elasto-plastice a materialului (Figura 1). În timpul efectelor "pop-out", "elbow" și "kink pop-out" restabilirea adâncimii amprentei are loc din contul tranzițiilor de fază, ca rezultat al creșterii volumului materialului la tranziția din faza de presiune înaltă Si-II în fazele mai puțin dense Si-III/Si-XII și a-Si, iar intensitatea acestei restabiliri este mult mai mare comparativ cu restabilirea elasto-plastică. Totodată, se poate de observat, că intensitatea restabilirii este diferită pentru fiecare din efectele de descărcare. Calculele intensității de restabilire a adâncimii amprentei, exprimate prin derivata dh/dP, au demonstrat valori apropiate pentru efectele "kink pop-out" și "elbow", ce indică că cinetica acestor două procese este similară - ambele demonstrează o restabilire mai lentă, spre deosebire de efectul "pop-out", care prezintă o restabilire bruscă, în salt.



Fig. 1. Curbele de nanoindentare "sarcina" – "deplasarea indentorului" (*P-h*) efectuate cu indentorul Berkovici pentru sarcinile de 50 mN (a, b), 100 mN (c) și 500 mN (d) la diferite regimuri (*t*<sub>1</sub>-*t*<sub>2</sub>-*t*<sub>3</sub>): 50-5-50 s, 25-5-25 s și 50-900-50 s, unde *t*<sub>1</sub>, *t*<sub>2</sub>, *t*<sub>3</sub> este timpul de încărcare, menținere și descărcare, respectiv. Cu săgeată este indicat platoul de fluaj.

Un alt efect, similar efectului "elbow", denumit "end-elbow" (Figura 1 (d)), a fost observat la sfârșitul curbelor de descărcare, mai pronunțat pentru sarcina de 500 mN și regimul de încărcare cu menținere îndelungată sub sarcină (50-900-50 s). Acest efect se datorează dezvoltării active a fisurilor pentru sarcina de 500 mN, în special a celor orizontale, situate la o adâncime de la suprafața materialului, care cauzează ridicarea materialului în zona amprentei (Figura 2), ce duce la o expulzare mai rapidă a indentorului din material și înregistrarea efectului "end-elbow" pe curba de descărcare. Mai mult ca atât, un alt proces poate induce o contribuție adițională acestui efect, și anume, amorfizarea Si în timpul propagării fisurii [17], care rezultă în creșterea volumului materialului.



Fig. 2. Imaginea AFM 3D a amprentei Berkovici efectuată la 500 mN, regimul 50-5-5 s (a) și 50-900-50 s (b).

Analiza spectrelor micro-Raman ale amprentelor a arătat, că majorarea timpului de menținere sub sarcină de la 5 s la 900 s, similar cu majorarea sarcinii, duce la intensificarea picurilor pentru fazele Si-III, Si-XII și a-Si (Figura 3), ce se datorează extinderii zonelor cu tranziții de fază în regiunea amprentelor. Plus la aceasta, prin compararea intensității relative a picului a-Si cu picurile Si-XII, Si-III și Si-I a spectrelor măsurate la suprafață și în adâncimea amprentelor, a fost constatat, că cu majorarea timpului de menținere sub sarcină (900 s) picul a-Si devine mai pronunțat în adâncimea amprentei. Acest rezultat se explică prin faptul, că la indentarea Si, faza amorfă poate fi obținută nu numai în imediata apropiere de suprafața amprentei, dar și în zona dislocațională foarte densă, ca urmare a proceselor dislocaționale în timpul deformării plastice [18]. Astfel, menținerea îndelungată sub sarcină, pe de o parte, contribuie la formarea efectului "kink pop-out" pe curbele *P-h*, similar după cinetica sa, efectului "elbow", care este responsabil de formarea fazei a-Si în adâncime, responsabil de formarea fazei amorfe în zona dislocațională. De unde se poate concluziona, că efectul "kink pop-out" este cauzat de formarea benzilor și regiunilor amorfe în zona dislocațională.

Este cunoscut, că fiecare tip de tranziție de fază a Si (Si-I $\rightarrow$ Si-II, S-II $\rightarrow$ Si-III/Si-XII, Si-II $\rightarrow$ a-Si, ș.a.) se dezvoltă în anumite intervale de presiuni caracteristice [9], de aceea a prezentat interes, cum influențează condițiile de încărcare asupra valorilor presiunii medii de contact la interfața indentor-material ( $p_m$ ). Utilizând metoda lui Novikov *et al* [19] au fost calculate valorile  $p_m$  a tuturor efectelor de descărcare evidențiate în lucrarea dată și s-a stabilit că atât majorarea timpului de menținere sub sarcină, cât și majorarea vitezei de încărcare-descărcare, duc la scăderea presiunii de contact ( $p_m$ ). Acest rezultat a fost explicat prin faptul, că ambii factori contribuie la formarea unei structuri defectuoase mai complicate cu o densitate mai înaltă a

dislocațiilor și altor defecte, ce duce la o reorganizare mai dificilă și de aceea mai încetinită a structurilor cu transformări de fază.



Fig. 3. Spectrele micro-Raman ale amprentelor de 50 mN (a) și 500 mN (b), măsurată la suprafața amprentei (spectrele 1, 3) și la adâncime (spectrele 2, 4); spectrele 1, 2 – timp scurt (5 s) de menținere sub sarcină, spectrele 3, 4 – timp îndelungat (900 s) de menținere sub sarcină.

În urma analizei dependențelor "deformarea la fluaj de timp" (h/t) și a "vitezei de deformare la fluaj de timp" ((dh/dt)/t) s-a stabilit, că procesul de fluaj la indentarea Si are 2 etape distincte: **I etapă**, care se caracterizează printr-o viteză de deformare înaltă și în același timp o decelerare pronunțată a vitezei; **II etapa**, care se caracterizează prin stabilizarea vitezei până la o valoare aproape constantă cu o decelerare foarte mică a vitezei, și tendința vitezei spre valoarea zero (Figura 4). Analiza dependențelor h/t și (dh/dt)/t pentru sarcinile de 50, 100 și 500 mN a demonstrat, că procesul de fluaj este influențat de sarcina aplicată. Astfel, viteza inițială de deformare la fluaj și durata I etape a fluajului sunt mai mari pentru o sarcină mai mare.



Fig. 4. Dependențele adâncimii de penetrare h (a) și vitezei de deformare dh/dt (b) la fluaj în dependență de timpul de menținere t sub sarcină constantă de 100 mN. (În teză sunt prezentate dependențele și pentru sarcinile de 50 și 500 mN.)

Măsurările durității au demonstrat, că procesul de fluaj induce micșorarea valorii durității pentru toate cele trei sarcini utilizate (Figura 5), ce este cauzat de relaxarea tensiunilor de sub indentor în procesul de fluaj. Relaxarea se realizează din contul mai multor procese, ce au loc în timpul fluajului: (i) extrudarea adițională a fazei metalice Si-II, (ii) implicarea unor noi zone de material în procesul transformării de fază Si-I în Si-II, formarea fazei a-Si în zona dislocațională și (iii) formarea fisurilor. Cea mai pronunțată relaxare la fluaj și respectiv, scădere a durității ( $\Delta H$ ), a fost stabilită pentru sarcina de 50 mN ( $\Delta H = 1,94$  GPa), ce se explică prin extrudarea mai ușoară a materialului și restructurarea mai activă a zonei dislocaționale datorită adâncimii mai mici a amprentei și densității mai mici a dislocațiilor. Relaxarea mai mică ( $\Delta H = 1,29$  GPa) pentru sarcina de 100 mN se datorează majorării adâncimii amprentei și densității dislocațiilor. Însă în cazul sarcinii de 500 mN, pentru care relaxarea la fluaj se intensifică din nou ( $\Delta H = 1,64$ GPa), o contribuție adăugătoare în procesul de relaxare induce fisurarea, care este bine dezvoltată pentru această sarcină.

A fost cercetată influența menținerii îndelungate sub sarcină asupra restabilirii elastoplastice a materialului la descărcare și "post-descărcare". Pentru aceasta a fost calculată valoarea absolută și relativă a restabilirii elasto-plastice a adâncimii amprentei la descărcare din dependențele *P-h*. La fel, din măsurările AFM și din curbele de nanoindentare *P-h* a fost calculată valoarea absolută și relativă a restabiliri "post-descărcare". Astfel, s-a stabilit o restabilire mai pronunțată a valorilor absolute a adâncimii amprentelor la descărcare și "post-descărcare" în rezultatul menținerii îndelungate sub sarcină, ce se datorează: (i) intensificării restabilirii elastice, (ii) restructurării mai pronunțate a zonei dislocaționale cu implicarea procesului rotațional, (iii) unor modificări în procesul de tranziții de fază și anume, inducerii amorfizării în zona dislocațională și (iv) intensificării fisurării.



Fig. 5. Dependența durității (*H*) de sarcină (*P*) la aplicarea regimului de menținere scurtă sub sarcină de 5 s (50-5-50) și menținere îndelungată de 900 s (50-900-50).

Luând în considerare, că fazele remanente din amprentă - Si-III și Si-XII - sunt semimetalice, au fost efectuate măsurările electrice ale zonei amprentei după indentare și cercetată influența fluajului la menținerea îndelungată sub sarcină asupra parametrilor electrici.

Din caracteristicile volt-amperice obținute a fost calculată diferența dintre valorile rezistenței Si nedeformat și rezistenței benzii de Si conținând amprentele remanente după indentare. Astfel, s-a stabilit că valoarea scăderii rezistenței induse de o amprentă ( $\Delta R_i$ ) se majorează odată cu creșterea timpului de menținere sub sarcină ( $t_h$ ) - de la valoarea  $\Delta R_i = 0,12$  $\Omega$ /ind pentru  $t_h = 2$  s la  $\Delta R_i = 0,3$   $\Omega$ /ind pentru  $t_h = 5$  s și  $\Delta R_i = 2,0$   $\Omega$ /ind pentru timpul de menținere de 1 h și 15 h. Spectrele Raman în zonele amprentelor au demonstrat o evoluție în formarea fazelor Si-III, Si-XII și a-Si odată cu majorarea  $t_h$  (Figura 6). Formarea și extinderea fazelor Si-III și Si-XII (semimetale de o rezistență electrică mai mică în comparație cu Si-I) duce la scăderea rezistenței electrice în regiunea indentată. Un alt proces care induce scăderea rezistenței în regiunea amprentei remanente este legat de formarea Si amorf de presiune înaltă în zona dislocațională foarte densă, care nu permite relaxarea tensiunilor chiar și după descărcarea completă. Deplasarea picului a-Si de la 472.91 cm<sup>-1</sup> la 488.35 cm<sup>-1</sup> și la 492.33 cm<sup>-1</sup> (Figura 6, b-d) corespunde unor tensiuni de compresiune de 7,7 GPa și 9,7 GPa, respectiv, știind că pentru Si modificarea frecvenței Raman de ~0.02 cm<sup>-1</sup> corespunde unei sensibilități de modificare a presiunii de aproximativ 10 MPa [20]. La astfel de presiuni rezistența a-Si devine mai joasă comparativ cu Si-I [21].



Fig. 6. Spectrele Raman ale Si(100) nedeformat (a) și a amprentelor Vickers de 500mN, depuse pe Si (100), realizate la timp de menținere sub sarcină de: 2 s (b), 10 s (c) și 15 h (d).

După cum a fost menționat mai sus, majorarea timpului de menținere sub sarcină de la 1 oră până la 15 ore nu a demonstrat continuarea scăderii rezistenței electrice. Această stabilizare a fost explicată în baza cercetărilor cineticii de deformare a materialului în timpul fluajului (Figura 4). Pentru timpul de menținere de 1 oră sau 15 ore la atingerea perioadei de menținere de ~ 800 s procesul de fluaj intră în etapa finală, când viteza de fluaj se apropie de zero, adică procesul de fluaj se oprește. Aceasta se întâmplă din cauza, că zona dislocațională devine foarte densă și tensiunile create de forța externă aplicată sunt echilibrate de tensiunile interne create în zona deformată sub indentor. În aceste condiții procesul de formare și extindere a fazelor Si-III, Si-XII și a-Si, la fel se oprește la atingerea perioadei de ~800 s și menținerea în continuare sub sarcină nu induce schimbări substanțiale în zona deformată, ceea ce explică aceleași valori ale  $\Delta$ Ri pentru timpul de menținere de 1 oră și 15 ore.

Rezultatele obținute în capitolul 2 sunt publicate în Ref.  $[2^a, 4^a, 5^a, 7^a, 8^a, 11^a, 12^a, 13^a, 14^a]^*$ .

Al patrulea capitol se referă la cercetarea influenței vitezei de scratching, a sarcinii aplicate și orientării indentorului asupra mecanismelor de deformare și durității la scratching-ul Si(100).

În rezultatul analizei comparative a reliefului microtrack-urilor și nanotrack-urilor efectuate în diferite condiții de deformare a fost stabilit, că morfologia și aspectul track-urilor în mare măsură sunt influențate de mecanismele de deformare ce au loc în procesul de scratching și au particularități distinctive pentru diferite mecanisme de deformare. La fel, s-a constatat, că toți cei trei factori: orientarea indentorului, sarcina normală ( $F_N$ ) și viteza de scratching (v) induc schimbarea mecanismului de deformare.

Pentru aceleași condiții de încărcare, dar orientare diferită a indentorului, aspectul trackurilor este total diferit. Din analiza imaginilor 3D-AFM s-a constatat, că la scratching-ul cu muchia indentorului (M-tip) are loc deformarea prin mecanismul de ruperea fragilă a materialului (Figura 7 a) cu formarea multiplelor fărâmituri fragile în jurul track-ului, vizualizate clar în microscopul optic (Figura 7 c). Iar la scratching-ul cu fața indentorului (F-tip) se obține un relief uniform, fără distrugeri fragile, cu acumulări pronunțate de material de-a lungul marginii track-ului (Figura 7 b), ce este rezultatul deformării prin mecanismul de extrudare plastică a materialului. Această deformare plastică pronunțată a unui material fragil, cum este Si, are loc datorită tranziției de fază din Si-I în faza metalică Si-II, care este favorizată de combinația tensiunilor de compresiune cu tensiunile de forfecare, mai pronunțate la scratching, datorită acțiunii forței laterale  $F_L$ . Măsurarea spectrelor Raman pe track-urile de scratching au demonstrat formarea fazei a-Si, ce confirmă formarea fazei Si-II cu transformare ulterioară în faza a-Si la decompresiune. Prezența tensiunilor foarte înalte și extrem de localizate, care acționează de-a

<sup>\*</sup> Cu "a" sunt indicate referințele la publicațiile autorului (vezi "Lista publicațiilor la tema tezei" (pag. ))

lungul muchiei indentorului în comparație cu o distribuție mai uniformă a tensiunilor la scratching-ul cu fața indentorului cauzează dezvoltarea mecanismului de rupere fragilă în primul caz și extrudare plastică în al doilea caz.



(c)

Fig. 7. Imagini 3D-AFM (a, b) și MO (c) a track-urilor efectuate cu  $F_N = 10$  mN și  $v = 20 \mu$ m/s. (a) – cu muchia înainte (M-tip track); (b) - cu fața înainte (F-tip track); (c) – sus – M-tip track, jos - F-tip track.

Viteza de scratching are o importanță majoră în dezvoltarea mecanismului de deformare. S-a stabilit că pentru aceeași valoare a sarcinii și orientare a indentorului majorarea vitezei duce la dispariția completă a acumulărilor de material de la marginile track-ului și obținerea unui canal cu relief regulat de formă literei V (Figura 7). O astfel de morfologie a track-ului este cauzată de un mecanism specific de deformare prin desprinderea ductilă a materialului, utilizat în procesul de prelucrare prin așchiere ductilă a suprafețelor.

O influență importantă asupra mecanismului de scratching și morfologiei track-ului are, la fel, și valoarea sarcinii  $F_N$  sau mai degrabă combinația vitezei și sarcinii este un factor determinant pentru dezvoltarea unui sau altui mecanism de deformare. În general, analiza morfologiei track-urilor a demonstrat trei mecanisme principale de deformare dezvoltate la nanoscratching-ul Si: (I) **rupere fragilă (RF)**, (II) **extrudare plastică (EP)** și (III) **desprindere ductilă (DD)**, precum și combinații ale acestor mecanisme (de exemplu, "EP – DD", "EP – RF" sau "RF – EP – DD").



Fig. 8. Imagini 3D obținute la AFM a track-urilor efectuate cu fața indentorului,  $F_N = 5$  mN (a, b), v = 20 µm/s (a), v = 300 µm/s (b).

Pentru determinarea tipului mecanismului de deformare a fost efectuată analiza calitativă a morfologiei track-urilor și cea cantitativă din calculul volumelor acumulărilor de material extrudat ( $V^+$ ) și canalului track-ului (V). Scindări fragile, micro-fisuri pe suprafața track-ului și fărâmituri fragile în jurul track-ului denotă dezvoltarea mecanismului RF (Figura 7 a, c). Acumulările de material împrejurul track-ului și absența fisurilor indică dezvoltarea mecanismului EP (Figura 7 b și 8 a). Lipsa acumulărilor de material, margini drepte (Figura 8 b) și așchii ductile în jurul track-ului, indică dezvoltarea mecanismului DD. Calculele volumelor  $V^+$  și a raportului dintre ele au fost utilizate pentru estimarea contribuției deformării plastice în procesul de scratching cu mecanisme mixte, adică la tranziția de la un mecanism la altul. Track-urile realizate prin mecanismul EP pur posedă volum maxim a acumulărilor de material, care depășește volumul canalului cu până la 25%, ce se explică, pe de o parte, prin formarea fazei a-Si, mai puțin dense decât Si-I și, pe de altă parte, prin inducerea unei dezordine și porozități adăugătoare în structura materialului extrudat.  $V^+$  scade treptat cu implicarea mecanismului DD și devin egale cu "0" pentru track-uri realizate prin mecanismul DD pur.

Rezultatele analizei multilaterale calitative și cantitative realizate au fost sistematizate și prezentate sub formă de diagramă (Figura 9), care relevă legități comune și particularități distinctive în evoluția mecanismelor de deformare pentru fiecare tip de scratching (F-tip și M-tip).

Au fost stabilite următoarele particularități comune în evoluția mecanismelor de deformare pentru ambele tipuri de scratching: (1) tranziția de la un mecanism la altul, odată cu modificarea condițiilor de deformare (viteza și sarcina), are loc preponderent treptat; (2)

majorarea vitezei de scratching duce la următoarea succesiune de transformări în mecanismele de deformare:  $RF \rightarrow EP \rightarrow DD$ ; (3) majorarea forței normale  $F_N$  influențează diferit asupra evoluției mecanismelor de deformare, pentru viteze mici (< 50 µm/s), majorarea  $F_N$  duce la dezvoltarea mecanismului RF, în timp ce pentru viteze mari ( $\geq$  100 µm/s), majorarea  $F_N$ favorizează dezvoltarea mecanismului DD; 4) majorarea  $F_N$  facilitează dezvoltarea mecanismului DD, și anume pentru o valoare mai mare a sarcinii  $F_N$  mecanismul DD începe să se realizeze la viteze mai mici.



- desprindere ductilă ី desprindere ductilă neuniformă - extrudare plastică
- rupere fragilă
- componente indicate printr-o anumită combinație și prevalență a culorilor

# Fig. 9. Schema evoluției mecanismelor de deformare în funcție de combinația viteză–sarcină ' $v-F_N$ ' pentru F-tip track-uri (a) și M-tip track-uri (b).

Diagrama evoluției mecanismelor de deformare evidențiază și particularități distinctive dintre cele două tipuri de scratching. Pentru F-tip scratching sunt dezvoltate în special mecanismele EP, DD sau combinația lor (Figura 9, a). Spre deosebire, pentru M-tip scratching mecanismul RF este realizat mai frecvent, iar mecanismele EP și DD, ca mecanisme individuale, se obțin mai rar. La fel, track-urile M-tip demonstrează în mai multe cazuri un relief neregulat.

A prezentat interes și măsurarea durității la scratching ( $H_s$ ) în vederea cercetării influenței mecanismelor de deformare asupra acestui parametru mecanic important. Analiza dependențelor durității la scratching de viteza de scratching (v), sarcina ( $F_N$ ) și orientarea indentorului a demonstrat mai multe particularități și a evidențiat o influență semnificativă a mecanismului de deformare și a celor trei factori asupra valorilor durității: 1. <u>Orientarea indentorului.</u> Duritatea posedă valori mai mici la M-tip scratching în comparație cu F-tip, efect cauzat de deplasarea mai ușoară a materialului la scratching-ul cu muchia indentorului înainte, spre deosebire de cel cu fața înainte, când materialul este acumulat înainte și apoi deplasat lateral (Figura 10).

2. <u>Viteza.</u> Valorile durității se majorează odată cu majorarea vitezei de scratching până la valorile de 50-100  $\mu$ m/s, interval caracteristic pentru mecanismul EP (Figura 9), iar în intervalul de viteze mai mari de 50-100  $\mu$ m/s, caracteristic mecanismului DD are loc scăderea și stabilizarea durității, atingând pentru  $v = 300 \mu$ m/s (mecanism DD pur) valori apropiate pentru toate sarcinile (Figura 10). Scăderea durității la tranziția EP $\rightarrow$ DD denotă scăderea rezistenței materialului, adică la atingerea unor tensiuni critice materialul este mai ușor deplasat prin desprindere ductilă decât prin extrudare plastică. În același timp, desprinderea ductilă apare la tensiuni de forfecare suficient de mari obținute la sarcini mari și la viteze de scratching înalte.



Fig. 10. Duritatea la nanoscratching  $(H_s)$  în dependență de viteza de scratching (v) pentru diferite sarcini  $F_N$  - 2, 5, 10 și 20 mN: (a) – F-tip scratching, (b) – M-tip scratching.

3. <u>Sarcina.</u> Aplicarea sarcinilor mai mari în cazul track-urilor F-tip duce la majorarea  $H_s$ pentru  $v < 50 \ \mu$ m/s, iar pentru  $v \ge 100 \ \mu$ m/s are loc inversarea acestui efect prin micșorarea bruscă a durității pentru sarcinile de 10 și 20 mN (Figura 10 a). Acest efect se datorează faptului, că pentru  $F_N = 10 - 20$  mN tranziția EP  $\rightarrow$  DD este relativ bruscă și are loc la viteze mai mici, iar pentru  $F_N = 2 - 5$  mN ea este mai lentă (Figura 9 a). În cazul track-urilor M-tip, duritatea pentru  $F_N = 10 - 20$  mN este mai mică decât pentru  $F_N = 2 - 5$  mN în tot intervalul de viteze (Figura 10 b) datorită contribuției mai mari a mecanismului RF la scratching-ul cu sarcini mai mari (Figura 9 b).

Însă pentru un material real majorarea vitezei de deformare la scratching [22]:  $\dot{\varepsilon} = v \cdot b^{-l}$  (1)

unde v este viteza de scratching, iar b este lățimea track-ului, contribuie la creșterea rezistenței materialului la deformare, ce se explică prin faptul, că procesele, care au loc la deformarea plastică a materialului au viteze limitate. În rezultat are loc o majorare a reacției normale a suprafeței  $\vec{N}$ , iar pentru echilibrarea forțelor indentorul este expulzat din material (Figura 11), ce duce la micșorarea valorilor durității.



# Fig. 11. Schema forțelor (starea de echilibru), ce acționează asupra feței indentorului/materialului în procesul de scratching cu fața înainte (în secțiunea transversală).

Efectul scăderii durității la tranziția EP $\rightarrow$ DD a fost explicat din punct de vedere al energiei dislocațiilor. Extrudarea plastică a materialului are loc din contul plasticității dislocaționale și deci, majorarea v duce la majorarea  $\dot{\epsilon}$ , ce necesită o majorare a vitezei de deplasare a dislocațiilor și, respectiv, a energiei dislocațiilor. Energia crește exponențial cu majorarea vitezei dislocației și la atingerea unor tensiuni externe critice (cele mai înalte valori ale durității) energia dislocațiilor deja nu mai este suficientă pentru a asigura depășirea cu viteză necesară a barierelor potențiale din material, legate atât de structura periodică a cristalului (bariera Paierls), cât și de defectele rețelei cristaline (defecte punctiforme, alte dislocații, defecte de împachetare, ș.a.). În rezultat se creează aglomerări de dislocații, care blochează deformarea plastică, unde tensiunea internă crește local până la atingerea unor tensiuni interne critice, suficiente pentru pierderea integrității materialului. Aceste procese inițiază mecanismul DD, care energetic este mai convenabil pentru realizarea deformației la viteze mari, comparativ cu mecanismul EP. În plus, desprinderea ductilă a materialului este favorizată și prin faptul, că în acest caz materialul nu formează acumulări de material, care opun o rezistență suplimentară deplasării indentorului. Astfel, tranziția la mecanismul de desprindere ductilă rezultă în micșorarea durității  $H_s$  (Figura 10).

Cercetarea morfologiei track-urilor a evidențiat, că pentru track-urile realizate prin mecanismele EP și DD (Figura 7 b și 8), suprafețele canalului track-ului și a acumulărilor de material au un relief ondulat. Acest relief este cauzat de un efect specific numit "stick-slip" ("blocare-alunecare"), care constă în faptul, că procesul de scratching are loc neomogen, prin alternarea deplasării laterale rapide (alunecării) a indentorului cu încetinirea (blocarea) miscării lui. Realizarea alunecării sau blocării depinde de relația dintre tensiunea de forfecare externă aplicată  $\tau = F_L / A_{cv}$ , unde  $F_L$  este forța laterală și  $A_{cv}$  este proiecția verticală a ariei de contact, și tensiunea critică  $\tau_{cr}$  de deformare plastică a materialului [23]. Deoarece în procesul de scratching are loc acumularea materialului extrudat care blochează deplasarea (etapa "stick"), este necesară o majorare a tensiunilor externe  $\tau$  până la atingerea tensiunii critice ( $\tau \ge \tau_{cr}$ ), suficiente pentru deformarea plastică a materialul din fața indentorului, după care are loc o deplasare în salt alunecarea indentorului (etapa "slip"), în timpul cărei tensiunile externe scad  $\tau < \tau_{cr}$ . Figura 12 demonstrează relieful profilului longitudinal al track-ului. Porțiunea ascendentă a reliefului acumulărilor de material (între liniile A și B) corespunde unui relief descendent al canalului track-ului. Pe această portiune are loc încetinirea deplasării indentorului, ce duce la adâncirea lui datorită intensificării acțiunii forței normale  $F_N$  și totodată are loc formarea acumulărilor de material și majorarea tensiunilor de forfecare externe induse de forța laterală  $F_L$ . Porțiunea descendentă a reliefului acumulărilor de material (porțiunea dintre liniile C și D) corespunde unui relief ascendent al canalului track-ului. Pe această porțiune are loc alunecarea indentorului cu majorarea vitezei și respectiv, micșorarea influenței  $F_N$ , ce duce la ridicarea indentorului; totodată are loc scăderea tensiunilor laterale externe din contul micșorării  $F_L$ . A fost stabilită influența vitezei de scratching și sarcinii asupra reliefului ondulat al suprafeței track-urilor, cauzat de efectul "stick-slip". Astfel, majorarea  $F_N$  și micșorarea v induce o creștere a amplitudinii medii a ondulației  $A_{med}$ , în timp ce perioada medie a ondulației  $\lambda_{med}$  nu a demonstrat o sensibilitate vizibilă la modificarea  $F_N$  și v. Datorită reliefului ondulat al suprafeței track-urilor a fost posibilă obținerea unor figuri de corodare chimică de origine nedislocațională, dar care sunt rezultatul inducerii unei activități chimice locale sporite în urma deformării materialului la scratching (Figura 13).



Fig. 12. Imaginea AFM a profilul longitudinal al track-ului F-tip, efectuate cu sarcina  $F_N = 2$ mN și viteza de scratching v = 20 µm/s.





Fig. 13. Figurile de corodare pe suprafața track-urilor: (a, b, c) - F-tip track-uri efectuate cu indentorul Berkovici, (d) - M-tip track efectuat cu indentorul Vickers;  $F_N = 10$  mN (a) și 20 mN (b-d); v = 50 µm/s (a, b) și 300 µm/s (c, d); direcția de scratching <110> (a-c) și <100> (d); durata tratamentului chimic de 25 s (a-c) și 50 s (d).

Track-urile obținute în diferite condiții de deformare (sarcina, viteza, orientarea indentorului, direcția de scratching și durata tratamentului chimic) au demonstrat diferite forme ale figurilor de corodare chimică (Figura 13). Astfel, rezultatele obținute au demonstrat, că amplitudinea ondulației reliefului track-ului în combinație cu mecanismul de deformare și durata tratamentului chimic sunt factorii principali, care determină forma figurilor de corodare, care pot fi obținute pe suprafața track-urilor.

Rezultatele obținute în capitolul 2 sunt publicate în Ref.  $[1^a, 3^a, 6^a, 9^a, 10^a]$ .

#### Concluzii generale și recomandări

Rezultatele obținute în această lucrare au permis formularea următoarele <u>concluzii</u> <u>generale</u> importante, ce țin de procesele de tranziții de fază și mecanismele de deformare la nanoindentarea, microindentarea și nanoscratching-ul Si(100) în funcție de condițiile de încărcare (menținere îndelungată sub sarcină, viteza de deformare și sarcina aplicată):

1. A fost demonstrat, că la nanoindentarea Si (100) la temperatura camerei în regim de menținere îndelungată sub sarcină, datorită tranziției fazei Si-I în faza plastică Si-II, are loc dezvoltarea procesului de fluaj, care duce la formarea efectului de descărcare "kink pop-out" pe curbele *P-h*. În premieră a fost stabilit, că acest efect este cauzat de formarea benzilor de a-Si în zona dislocațională foarte densă, în rezultatul activității dislocaționale și restructurării acestei zone la descărcare; spre deosebire de efectul "elbow", la fel, cauzat de formarea a-Si, dar în nemijlocită apropiere de indentor, în rezultatul tranziției din fazele Si-III, Si-XII și Si-II.

2. A fost constatat, pe baza amprentelor Vickers, că indentarea induce o scădere remanentă a rezistenței electrice ( $\Delta R_i$ ) în zona deformată după descărcare, valoarea căreia crește cu majorarea timpul de menținere sub sarcina ( $t_h$ ), care însă are o tendință de saturație. Efectul scăderii  $\Delta R_i$  și intensificarea lui cu majorarea  $t_h$  a fost explicat prin formarea fazei a-Si de presiune înaltă din zona dislocațională, la fel și a fazelor semimetalice Si-III/Si-XII, care posedă rezistivitate mai scăzută comparativ cu Si-I.

3. În urma analizei multilaterale calitative și cantitative a morfologiei track-urilor la nanoscratching-ul Si (100) în intervalul de sarcini  $F_N = (2 - 20)$  mN și viteze de scratching  $v = (20 - 300) \mu$ m/s, în premieră a fost determinată evoluția și contribuția relativă a mecanismelor de deformare (rupere fragilă, extrudare plastică și desprindere ductilă) în procesul de scratching, în funcție de v,  $F_N$  și orientarea indentorului (F-tip și M-tip), rezultatele fiind sistematizate în formă de diagramă ("mapping").

4. În premieră a fost stabilită o sensibilitate diferită a durității la scratching  $H_s$  față de v și  $F_N$  în funcție de mecanismul de deformare: la deformarea controlată de mecanismul de extrudare plastică are loc o majorare pronunțată a valorilor  $H_s$  cu majorarea v și  $F_N$ , iar la deformarea controlată de mecanismul de desprindere ductilă duritatea  $H_s$  este practic independentă de v și  $F_N$ . Efectul stabilit a fost explicat în lumina proceselor dislocaționale, care stau la baza fiecărui mecanism.

5. A fost constatat, că ondulația reliefului suprafeței track-urilor, cauzată de efectul "stick-slip", este sensibilă la modificarea vitezei de scratching v și a sarcinii  $F_N$  și anume, amplitudinea ondulației  $A_{med}$  este direct proporțională cu  $F_N$  și invers proporțională cu v. S-a dovedit, că relieful ondulat cauzează obținerea unor figuri de corodare chimică specifice pe suprafața track-urilor, forma cărora depinde de amplitudinea ondulației  $A_{med}$  și durata tratamentului chimic și deci, poate fi dirijată.

Astfel, scopul și obiectivele lucrării au fost totalmente atinse, iar rezultatele obținute prezintă valoare atât din punct de vedere fundamental, cât și din cel aplicativ. Aspectul fundamental ține de soluționarea problemei importante a fizicii plasticității și durabilității, și anume elucidarea mecanismelor de deformare și influența lor asupra proprietăților mecanice a materialelor. De menționat, că cercetările sus-numite au fost realizate la microscară și nanoscară, actualitatea și relevanța cărora este indiscutabilă în era dezvoltării vertiginoase a nanotehnologiilor, în care Si ocupă un loc important.

În contextul utilizării Si în sistemele MEMS și alte dispozitive miniaturale pentru fabricarea cărora actualmente se pune accentul pe dezvoltarea tehnologiilor de microstructurare, nanostructurare mecanică și prelucrare mecanică ultrafină a suprafeței materialului, rezultatele obținute prezintă și aspect aplicativ, care se regăsește în <u>recomandările</u> prezentate mai jos:

1. La fabricarea și utilizarea microdispozitivelor și nanodispozitivelor în baza Si trebuie de ținut cont, că acțiunea de lungă durată a sarcinii concentrate(punctiforme) în microvolume și nanovolume poate duce la fluajul materialului, chiar și la temperatura camerei și respectiv, scăderea durității materialului, la fel și la sporirea fragilității materialului în aceste condiții. În zona acțiunii sarcinii concentrate, chiar și după descărcare completă poate rămâne o regiune de o rezistență electrică scăzută.

2. Rezultatele obținute la nanoscratching-ul Si au demonstrat, că în anumite regimuri de încărcare (combinația  $F_N$ , v și orientarea indentorului) indentorul piramidal Berkovici, cu o rază de curbură la vârf de zeci și sute de ori mai mic decât la instrumentele utilizate până acum la SPDT și scratching, poate fi cu succes utilizat pentru obținerea unor nanostructuri și suprafețe nanostructurate ale Si. Spre exemplu, în această lucrare în premieră a fost obținut un nanocanal ductil de forma "V" de o adâncime de 50 nm. Acest rezultat oferă posibilități noi de utilizare a instrumentului piramidal sau conic cu o rază de curbură destul de mică (~ 200 nm) pentru texturarea rapidă ultrafină a suprafeței Si, cu potențiale aplicații în fotovoltaică (celule solare), biomedicină (dispozitive microfluidice și nanofluidice), MEMS, ș.a.

3. Track-urile de nanoscratching prezintă un potențial pentru obținerea unor figuri de corodare chimică (piramide inverse sau prisme) pe suprafața lor cu posibilitatea de ajustare a formei și dimensiunii acestor figuri prin modificarea condițiilor de scratching și tratamentului chimic selectiv. Acest proces de prelucrare mecanochimică poate fi utilizat la obținerea unor suprafețe texturate a Si pentru majorarea eficienței celulelor solare.

#### **Bibliografie**

1. GILMAN, J.J. Metallization at microindentations. În: *Mater. Res. Soc. Proc.*, 1992, vol. 276, pp.191-196. ISSN 0272-9172.

2. PHARR, G.M. The Anomalous Behavior of Silicon During Nanoindentation. În: *Mater. Res. Soc. Proc.*, 1991, vol. 239, pp. 301-312. ISSN 1946-4274.

3. JULIANO, T., GOGOTSI. Y., DOMNICH, V. Effect of indentation unloading conditions on phase transformation induced events in Silicon. În: *J. Mater. Res.*, 2003, vol. 18(5), pp. 1192-1201. ISSN 0884-2914.

4. JASINEVICIUS, R.G. et. al. Surface amorphization in diamond turning of silicon crystal investigated by transmission electron microscopy, În: J. *Non-Cryst. Solids*, 2000, vol. 272, pp. 174-178. ISSN 0022-3093.

5. GOGOTSI, Y. et. al. Raman microspectroscopy analysis of pressure-induced metallization in scratching of silicon. În: *Semicond. Sci. Technol.*, 2001, vol. 16(5), pp. 345-352. ISSN 0268-1242.

6. SAKA, H. et al. Transmission electron microscopy of amorphization and phase transformation beneath indents in Si. În: *Phil. Mag. A*, 2002, vol. 82(10), pp. 1971-1982. ISSN 0141-8610.

7. KHAYYAT, M.M.O., HASKO, D.G., and CHAUDHRI, M.M. Effect of sample temperature on the indentation induced phase transitions in crystalline Silicon. În: *J. Appl. Phys.*, 2007, vol. 101, pp. 083515/1-7. ISSN 0021-8979.

8. DOMNICH, V., et al. Temperature Dependence of Silicon Hardness: Experimental Evidence of Phase Transformations, În: *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2008, vol. 17(1), pp. 33-41. ISSN 1606-5131.

9. DOMNICHI, V., GOGOTSI, Y., and DUB, S., Effect of Phase Transformations on the Shape of Unloading Curve in the Nanoindentation of Silicon, În: *Appl. Phys. Lett.*, 2000, vol. 76(16), pp. 2214-2216. ISSN 0003-6951.

10. FUJISAWA, N., et al. Indentation-induced phase transformations in silicon as a function of history of unloading, În: *J. Mater. Res.*, 2008, vol.23(10), pp. 2645-2649. ISSN 0884-2914.

11. GRABCO, D. et al. Thermal evolution of the deformation zones at microindentation of the different type crystals. În: *Phil. Mag. A*, 2002, vol. 82(10), pp. 2207-2215. ISSN 0141-8610.

28

12. CHEN, Y-L. et al. Ductile cutting of silicon microstructures with surface inclination measurement and compensation by using a force sensor integrated single point diamond tool. În: *J. Micromech. Microeng.* 2016, vol. 26(2), 02502/1-9. ISSN 0960-1317.

13. GASSILLOUD, R. et al. Deformation mechanisms of silicon during nanoscratching. În: *Phys. Stat. Sol.*. *a.*, 2005, vol. 202(15), pp. 2858-2869. ISSN 1862-6300.

14. WU, Y.Q. et al. Nanoscratch-induced deformation of single crystal silicon. În: J. Vac. Sci. & Technol. B, 2009, vol. 27(3), pp. 1374-1377. ISSN 0734-211X.

15. JIWANG, Y. et al. Fundamental investigation of subsurface damage in single crystalline silicon caused by diamond machining. În: *Precis. Eng.*, 2009, vol. 33, pp. 378-386. ISSN 0141-6359.

16. RABIER, J. et al. Plastic deformation by shuffle dislocations in silicon. În: *Mater. Sci. Eng. A.*, 2004, vol. 387-389, pp. 124-128. ISSN 0921-5093.

17. HUANG, S. et al. Mechanics of nanocrack: Fracture, dislocation emission, and amorphization. În: *J. Mech. Phys. Solids*, 2009, vol. 57(5), pp. 840-850. ISSN 0022-5096.

18. SUPRIJADI, T. M., ARAI, S., SAKA, H. On the dislocation mechanism of amorphization of Si by indentation. În: *Philos. Mag. Lett.*, 2002, vol. 82(3), pp. 133-139. ISSN 0950-0839.

19. NOVIKOV, N.V. et al. Application of nanoidentation method to study a semiconductor-metal phase transformation in silicon. În: *J. Superhard. Mater.(Sverkhtverdye Materialy)*, 1996, 18(3), pp. 37-46. ISSN 0203-3119.

20. DE WOLF I. Raman spectroscopy: about chips and stress. În: J. Spectros. Eur. 2003, vol. 15(2), pp. 6-13. ISSN 0966-0941.

21. MINOMURA, S. Pressure-induced transitions in amorphous silicon and germanium. În: *J. Phys. Colloques*, 1981, 42(C4), pp. 181-188. ISSN 0449-1947.

22. NYAKITI, L.O., JANKOWSKI A.F. Characterization of strain-rate sensitivity and grain boundary structure in nanocrystalline goldcopper alloys. În: *Metall. Mater. Trans. A*, 2010, vol. 41, pp. 838-847. ISSN 1073-5623.

23. FRANK, F.C. On the equations of motion of crystal dislocations, În: *Proc. Phys. Soc. A*, 1949, vol. 62(2), pp. 131-134. ISSN: 0370-1298.

#### Lista publicațiilor la tema tezei

#### Articole în reviste:

1. SHIKIMAKA, O., **PRISACARU A.** Deformation mechanisms under nanoscratching of Si: effect of scratching speed, load and indenter orientation. *Mater. Res. Express*, 2019, vol. 6(8), pp. 085011/1-10. ISSN 2053-1591.

2. SHIKIMAKA, O., **PRISACARU, A.,** BURLACU, A. Effect of long-term holding under contact loading on the specific features of phase changes in silicon. *Mater. Sci.*, 2015, vol. 51(3), pp. 405-411. ISSN 1068-820X.

3. **PRISACARU, A.**, SHIKIMAKA, O., HAREA, E., BURLACU, A., ENACHI, M., and BRANISTE, T. Nano- and microscratching as a potential method for texturing the Si surface, *Mold. J. Phys. Sci.*, vol. 13(3-4), 2014, pp. 188-194. ISSN 1810-648X.

4. SHIKIMAKA, O., **PRISACARU, A.**, BRUK, L., USATYI, YU., BURLACU, A. Influence of loading holding time under quasistatic indentation on electrical properties and phase transformations of silicon. *Surf. Eng. Appl. Electrochem.*, 2012, vol. 48(5), pp. 444-449. ISSN 1068-3755.

 PRISĂCARU, A., ŞIKIMAKA, O. Particularitățile de deformare şi tranziție de fază în siliciu monocristalin la micro şi nanoidentare. *Analele ATIC*, 2009-2011, vol.1(14), pp. 181-186. ISBN 978-9975-941-75-4.

#### Articole în culegeri științifice:

6. Grabco, D., **Prisacaru, A.**, Shikimaka, O., Harea, E., Pyrtsac, C. and Branishte, T. Microstructuring of silicon crystal surface for solar cell application. În: *The* 8<sup>th</sup> *International Conference "Microelectronics and Computer Science"*, October 22-25, 2014, Chisinau, pp. 117-120. ISBN 978-9975-45-329-5.

#### Teze în lucrările conferințelor:

7. **PRISACARU, A.** *Dislocation structure under indentation and scratching of Si(100)* as a function of loading conditions. În: 9 th International Conference on Materials Science and Condenced Matter Physics (MSCMP), 25-28 Sept. 2018, Chisinau, Moldova, Abstracts Book, p. 155. ISBN 978-9975-142-35-9. 8. **PRISACARU A.** *Phase transformation and deformation behaviour of Si single crystal under indentation creep conditions*. În: 8th International Conference on Materials Science and Condenced Matter Physics (MSCMP), 12-16 Sept. 2016, Chisinau, Moldova. Abstracts Book, p.165. ISBN 978-9975-71-819-6.

9. **PRISACARU A.** *Effect of rate, load and indenter orientation on the morphology of scratch track on Si.* În: 7th International conference on Materials Science and Condenced Matter Physics (MSCMP). 16-19 Sept. 2014, Chisinau, Moldova. Abstracts Book, p.154.

10. **PRISACARU, A**. *Nano- and microscratching as a potential method for nano/microstucturing of Si surface*. În: Humboldt Kolleg "Nano-2013, Knowledge Society: mutual influence and interference of science and society". 13-16 Sept. 2013, Chisinau, Moldova. Abstracts Book. p. 43.

11. **PRISACARU, A.** Influence of loading holding time of indentation on the peculiarities of phase transformation and hardness of silicon. În: 6th International conference on Materials Science and Condenced Matter Physics (MSCMP). 11-14 sept. 2012, Chisinau, Moldova. Abstracts Book. p. 174. ISBN 978-9975-66-290-1.

12. SHIKIMAKA, O., **PRISACARU, A**. *Creep and relaxation of si single crystal under dynamic indentation*. În: 6th International conference on Materials Science and Condenced Matter Physics (MSCMP). 11-14 sept. 2012, Chisinau, Moldova. Abstracts Book. p. 124. ISBN 978-9975-66-290-1.

13. SHIKIMAKA, O., **PRISACARU, A.**, BURLACU, A. *Nanoindentation creep and phase transformation of Si single crystals*. În: "Nano-2011 Cooperation and Networking of Universities and Research Institutes – study by doing research", 6-9 oct. 2013, Chisinau, Moldova. Abstracts Book. p. 43.

14. SHIKIMAKA O., **PRISACARU A.** and PYRTSAC C. *Peculiarities of phase transformation in crystalline silicon under local loading*. În: 5th International conference on Materials Science and Condenced Matter Physics (MSCMP). 13-17 sept. 2010, Chisinau, Moldova, Abstracts Book. p. 127. ISBN 978-9975-66-190-4.

## Adnotare Prisăcaru Andrian

## "Tranzițiile de fază și aspectele de deformare a Si monocristalin în dependență de condițiile de aplicare a sarcinii concentrate la micro și nanoscară" Teză de doctor în științe fizice, Chișinău, anul 2021.

Teza este scrisă în limba română și constă din introducere, 4 capitole, concluzii generale și bibliografie din 152 de titluri. Aceasta conține 137 pagini de text de bază, 68 figuri, 7 tabele și 27 formule. Rezultatele obținute sunt publicate în 14 lucrări științifice (6 articole și 8 rezumate la conferințe științifice internaționale).

**Cuvinte-cheie:** nanoindentare, duritate, fluaj, pop-out, elbow, kink pop-out, scratching, mecanisme de deformare, viteza de scratching, AFM, spectroscopia Raman.

**Scopul lucrării** constă în studiul particularităților de deformare și a tranzițiilor de fază la nanoindentare, microindentarea și nanoscratching-ul Si(100) în dependență de condițiile de deformare: menținerea îndelungată sub sarcină, valoarea sarcinii, viteza de deformare și orientarea indentorului.

**Obiectivele cercetării:** Cercetarea influenței menținerii îndelungate sub sarcină la nanoindentarea Si(100) asupra tranzițiilor de fază, dezvoltării fluajului și procesului de deformare/relaxare a materialului. Elucidarea mecanismelor principale de deformare la nanoscratching-ul Si(100) în dependență de viteza de scratching, valoarea sarcinii și orientarea indentorului.

Noutatea și originalitatea științifică a rezultatelor: În premieră a fost demonstrat, că menținerea îndelungată sub sarcină la nanoindentarea Si(100) la temperatura camerei duce la fluajul materialului, formarea și extinderea benzilor a-Si de presiune înaltă în zona dislocațională și extinderea fazelor Si-III/Si-XII, ce cauzează anumite efecte pe curbele de deformare. Aceste faze posedă rezistivitate mai scăzută comparativ cu Si-I și rezultă în modificarea parametrilor electrici a Si în zona amprentei remanente. La fel, în premieră a fost determinată evoluția și contribuția relativă a mecanismelor de deformare (rupere fragilă, extrudare plastică și desprindere ductilă) în procesul de scratching, în funcție de viteză, sarcină și orientarea indentorului și demonstrată influența specifică a mecanismelor asupra durității Si la scratching.

**Rezultatele obținute care contribuie la soluționarea unei probleme științifice importante.** Au fost stabilite principalele mecanisme de deformare/relaxare, inclusiv, tranziții de fază a Si, la acțiunea sarcinii concentrate la microscară și nanoscară în condiții speciale – menținere sub sarcină și scratching, ce va conduce la înțelegerea mai profundă a proceselor, ce au loc în condițiile reale la fabricarea și funcționarea microdispozitivelor și nanodispozitivelor în baza Si.

Semnificația teoretică și valoarea aplicativă a lucrării. A fost determinată influența în parte și în ansamblu a factorilor condițiilor de deformare (viteză, sarcină, menținerea sub sarcină și orientarea indentorului) asupra particularităților de deformare și tranzițiilor de fază a Si la microindentare, nanoindentare, microscratching și nanoscratching. Aceste rezultate sunt importante pentru dezvoltarea unor posibilități noi - rapide și eficiente, de creare a diverselor microsisteme, nanosisteme, microstructuri și nanostructuri pentru ingineria micro-mecanică, optoelectronică și biomedicină, la fel și pentru funcționarea durabilă a lor.

**Implementarea rezultatelor științifice.** Rezultatele obținute pot fi utilizate la texturarea mecanică și mecano-chimică rapidă ultrafină a suprafeței Si cu potențiale aplicații în fotovoltaică (celule solare), biomedicină (dispozitive microfluidice și nanofluidice), MEMS, ș.a.

## Summary Prisăcaru Andrian

#### "Phase transitions and deformation aspects of Si depending on the loading conditions at the micro- and nanoscale" Thesis for scientific degree of Doctor in Physical Sciences, Chisinau, 2021.

The thesis is written in Romanian language and consists of an introduction, 4 chapters, general conclusions and a bibliography of 152 titles. It contains 137 basic text pages, 68 figures, 7 tables and 27 formulas. The results are published in 14 scientific papers (6 articles and 8 abstracts at international scientific conferences).

Key words: nanoindentation, hardness, creep, pop-out, elbow, kink pop-out, scratching, deformation mechanisms, scratching speed, AFM, Raman spectroscopy.

The goal of the thesis is to study the peculiarities of deformation and phase transitions at nanoindentation, microindentation and nanoscratching of the Si(100) depending on the deformation conditions: long holding time under the load, load value, deformation speed and indenter orientation.

**Research objectives:** Study of the influence of long holding under the load on the phase transitions, creep development and material deformation/relaxation processes under Si(100) nanoindentation. Revealing of the main deformation mechanisms during Si(100) nanoscratching depending on the scratching speed, load value and indenter orientation.

Scientific novelty and originality of the results: For the first time it has been demonstrated that long holding under the load under Si(100) nanoindentation at room temperature leads to the material creep, formation and expansion of the high pressure  $\alpha$ -Si bands in the dislocation zone and extension of Si-III/Si-XII phases, which causes certain effects on the deformation curves. These phases have lower resistivity compared to Si-I and involve the modification of the electrical parameters of Si in the region of residual indentations. Also, for the first time, the evolution and relative contribution of the deformation mechanisms (brittle fracture, plastic flow and ductile cutting) in the scratching process, depending on the speed, load and indenter orientation were determined and the specific influence of these mechanisms on the scratch hardness of silicon was demonstrated.

The main scientific problem solved: The main deformation/relaxation mechanisms, including Si phase transitions, under concentrated load action at the microscale and nanoscale for special conditions - holding under the load and scratching, have been established, which will lead to a deeper understanding of the processes that take place in the real conditions during manufacture and functioning of the Si based microdevices and nanodevices.

Theoretical significance and applicative value. The influence of the each factor of the deformation conditions (speed, load, holding under the load and indenter orientation), separately and in combination, on the deformation particularities and phase transitions of Si at microindentation, nanoindentation, microscratching and nanoscratching was determined. These results are important for the development of new fast and efficient possibilities for creation of various microsystems, nanosystems, microstructures and nanostructures for micro and mechanical, optoelectronic and biomedical engineering, as well as for their sustainable functioning.

The implementation of the scientific results. The obtained results can be used for fast ultra-fine mechanical and mechano-chemical texturing of the Si surface with potential applications in photovoltaic (solar cells), biomedicine (microfluidic and nanofluidic devices), MEMS, etc.

## Аннотация Присэкару Андриан

## "Фазовые переходы и аспекты деформации монокристаллического Si (кремния) в зависимости от условий приложения концентрированной нагрузки в микро- и нано-масштабе"

#### Кандидатская диссертация по физическим наукам, Кишинёв, 2020 год.

Диссертация написана на румынском языке и состоит из введения, четырёх глав, общих выводов и списка литературы состоящего из 152 источников. Она содержит 137 страниц основного текста, 68 рисунков, 7 таблиц и 27 формул. Результаты опубликованы в 14-ти научных работах (6 статей и 8 тезисов на международных научных конференциях).

Ключевые слова: наноиндентирование, твердость, ползучесть, «pop-out», «elbow», «kink pop-out», скретчинг (царапание), механизмы деформации, скорость скретчинга, Атомно-силовая микроскопия, Рамановская спектроскопия.

Основная цель работы состоит в изучении особенностей деформирования и фазовых переходов при наноиндентировании, микроиндентировании, микроскретчинге и наноскретчинге Si(100) в зависимости от условий деформирования: длительная выдержка под нагрузкой, величина нагрузки, скорость деформации и ориентация индентора.

Задачи исследования: Исследование влияния длительной выдержки под нагрузкой при наноиндентировании Si(100) на фазовые переходы, развитие ползучести и деформацию/релаксацию материала. Выявление основных механизмов деформации при наноскретчинге Si(100) в зависимости от скорости скретчинга, величины нагрузки и ориентации индентора.

Новизна и научная оригинальность результатов: Впервые было доказано, что длительная выдержка под нагрузкой при наноиндентировании Si(100) при комнатной температуре приводит к ползучести материала, образованию и расширению полос α-Si высокого давления в дислокационной области и расширению фаз Si-III/Si-XII, что оказывает определенное влияние на кривые деформации. Эти фазы имеют более низкое удельное сопротивление по сравнению с Si-I и приводят к изменениям электрических параметров Si в области остаточного отпечатка. Кроме того, впервые была определена эволюция и относительный вклад механизмов деформации (хрупкое разрушение, пластическая экструзия и пластический срез) в процесс скретчинга, в зависимости от скорости, нагрузки и ориентации индентора, и доказано специфическое влияние механизмов на твердость Si при скретч-тестировании.

**Результаты, способствующие решению важной научной задачи.** Установлены основные механизмы деформации/релаксации, в том числе, фазовые переходы Si, при воздействии концентрированной нагрузки в микромасштабе и наномасштабе в особых условиях – выдержка под нагрузкой и скретчинг, что приведет к более глубокому пониманию процессов, происходящих в реальных условиях изготовления и эксплуатации микроустройств и наноустройств на основе Si.

Теоретическая значимость и практическая ценность результатов. Было выявлено влияние факторов условий деформации (скорость, нагрузка, выдержка под нагрузкой и ориентация индентора), каждого по отдельности и в совокупности, на особенности деформации и фазовые переходы Si при микроиндентировании, наноиндентировании, микроскретчинге и наноскретчинге. Эти результаты важны для развития новых быстрых и эффективных возможностей для создания различных микросистем, наносистем, микроструктур и наноструктур для микромеханической, оптоэлектронной и биомедицинской инженерии, а также для их устойчивого функционирования.

Внедрение научных результатов. Полученные результаты могут быть использованы для быстрого сверхтонкого механического и механохимического текстурирования поверхности Si с потенциальным применением в фотоэлектрических системах (солнечные элементы), биомедицине (микрофлюидные и нанофлюидные устройства), микро-электро-механических устройствах (MEMS) и др.

# PRISĂCARU ANDRIAN

# TRANZIȚIILE DE FAZĂ ȘI ASPECTELE DE DEFORMARE A SI MONOCRISTALIN ÎN DEPENDENȚĂ DE CONDIȚIILE DE APLICARE A SARCINII CONCENTRATE LA MICRO ȘI NANOSCARĂ

## 133.04 – FIZICA STĂRII SOLIDE

Rezumatul tezei de doctor în științe fizice

Aprobat spre tipar: 23.06.2021 Hârtie ofset. Tipar digital. Coli de autor: 2,07 Formatul hârtiei: 60x84 1/16. Tiraj: 40 ex. Comanda nr. 25.

Serviciul Editorial-Poligrafic al ASEM

Chișinău, str. Mitropolit G. Bănulescu-Bodoni, 59, MD 2005 Tel: +373(0) 22 402 910, +373 (0) 22 402 886